



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108923039 A

(43)申请公布日 2018.11.30

(21)申请号 201810743729.6

(22)申请日 2018.07.09

(71)申请人 天津工业大学

地址 300387 天津市西青区宾水西道399号

(72)发明人 解勤兴 谢东良

(51)Int.Cl.

H01M 4/38(2006.01)

H01M 10/052(2010.01)

H01M 10/0525(2010.01)

B82Y 40/00(2011.01)

权利要求书1页 说明书2页 附图3页

(54)发明名称

一种凹凸棒基纳米硅材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种凹凸棒基纳米硅材料的制备方法,其具体步骤为:将凹凸棒在5~20%质量百分比浓度的无机酸中浸泡0~72小时,水洗干燥后按照1:1~1:5的质量比加入镁粉,再加入0~5倍质量的无机盐混合均匀;在惰性气氛下600~1000摄氏度反应1~8小时;将产物依次酸洗、水洗并干燥后得到凹凸棒基纳米硅材料,粒径为100~200纳米左右。用该方法制备的纳米硅可用于制备硅炭复合材料,并用作锂离子电池和锂硫电池负极材料。

1. 一种凹凸棒基纳米硅材料的制备方法,其具体步骤为:将凹凸棒在5~20%质量百分比浓度的无机酸中浸泡0~72小时,水洗干燥后按照1:1~1:5的质量比加入镁粉,再加入0~5倍质量的无机盐混合均匀;在惰性气氛下600~1000摄氏度反应1~8小时;将产物依次酸洗、水洗并干燥。

2. 根据权利要求1所述一种凹凸棒基纳米硅材料的制备方法,其特征在于所述无机酸为盐酸、硝酸、硫酸和氢氟酸中一种或几种。

3. 根据权利要求1所述一种凹凸棒基纳米硅材料的制备方法,其特征在于所述无机盐为锂、钠、钾的氯化物、溴化物、草酸盐、硝酸盐和碳酸盐中一种或几种。

4. 一种凹凸棒基纳米硅材料,所述纳米硅通过权利1~3中任一项所述的方法制备。

5. 一种凹凸棒基纳米硅材料,所述纳米硅可用于制备凹凸棒基硅炭复合材料。

6. 权利要求4所述的凹凸棒基纳米硅材料可用作锂离子电池负极材料。

7. 权利要求4所述的凹凸棒基纳米硅材料可用作锂硫电池负极材料。

8. 权利要求5所述的凹凸棒基硅炭复合材料可用作锂离子电池负极材料。

9. 权利要求5所述的凹凸棒基硅炭复合材料可用作锂硫电池负极材料。

一种凹凸棒基纳米硅材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及无机非金属材料技术领域,特别是涉及一种高比能锂电池用纳米硅负极材料的制备方法。

背景技术

[0002] 目前,随着煤、石油、天然气等的过度使用,能源短缺和环境污染问题日益突出,促进了太阳能、风能等清洁能源的开发和应用。商业化锂离子电池大多以石墨为负极,但石墨理论放电比容量仅为372mAh/g,同时,在充放电循环过程中易形成稳定的固体电解质界面膜及石墨片层的体积膨胀和收缩现象容易导致严重的安全问题(Journal of Power Sources,2013,236:118-125)。

[0003] 近年来,新能源汽车已成为世界各国重点投资的领域,国内一系列优惠政策也极大地促进了新能源汽车的发展。但是,动力电池依然存在能量密度低、功率密度低或循环使用寿命不佳等缺陷。硅作为锂离子电池负极材料其理论容量高达4200mAh/g,因而在长续航动力电池的研究开发方面得到了广泛关注,但是硅在充放电过程中会发生严重的体积收缩和膨胀现象,体积变化可高达300%,在材料内部产生的很大内应力导致材料结构破坏和脱落,降低了电极的导电性和循环稳定性,这种负面效应对于微米尺度的硅负极材料尤其显著。

发明内容

[0004] 为了克服上述现有技术的不足,本发明以凹凸棒为硅源,通过镁热还原法制备纳米尺度的硅负极材料。

[0005] 本发明所采用的技术方案是:将凹凸棒在5~20%质量百分比浓度的无机酸中浸泡0~72小时,水洗干燥后按照1:1~1:5的质量比加入镁粉,再加入0~5倍质量的无机盐混合均匀;在惰性气氛下600~1000摄氏度反应1~8小时;将产物依次酸洗、水洗并干燥。

[0006] 上述步骤所用无机酸为盐酸、硝酸、硫酸和氢氟酸中一种或几种。

[0007] 上述步骤所用无机盐为锂、钠、钾的氯化物、溴化物、草酸盐、硝酸盐和碳酸盐中一种或几种。

附图说明

[0008] 图1为实施例1产物的扫描电镜图。

[0009] 图2为实施例2产物的扫描电镜图。

[0010] 图3为实施例3产物的扫描电镜图。

[0011] 图4为实施例4产物的扫描电镜图。

[0012] 图5为实施例1产物的X射线粉末衍射图谱。

[0013] 图6为实施例3产物的X射线粉末衍射图谱。

具体实施方式

[0014] 实施例1:

[0015] 在凹凸棒中按照1:1的质量比加入镁粉,在氩气气氛下800摄氏度反应4小时。将产物依次用10%质量百分比浓度的盐酸和水洗涤,干燥。产物形貌如图1所示,可以发现粉末粒径约为100~200纳米。产物X射线粉末衍射图谱中可以发现硅的强衍射峰和微量杂质的弱衍射峰,如图5所示。

[0016] 实施例2:

[0017] 在凹凸棒中按照1:1的质量比加入镁粉,再加入3倍质量的氯化钠混合均匀。所得混合物在氩气气氛下800摄氏度反应4小时。将产物依次用10%质量百分比浓度的盐酸和水洗涤,干燥。产物形貌如图2所示,可以看到所得硅粉粒径约为100~200纳米。

[0018] 实施例3:

[0019] 将凹凸棒在8%质量百分比浓度的盐酸中浸泡24小时,水洗干燥后按照1:1的质量比加入镁粉,在氩气气氛下800摄氏度反应4小时,将产物依次用酸和水洗涤并干燥。产物形貌如图3所示,可以看到所得硅粉粒径约为100~200纳米。产物X射线粉末衍射图谱中可以发现硅的强衍射峰,如图6所示。

[0020] 实施例4:

[0021] 将凹凸棒在8%质量百分比浓度的盐酸中浸泡24小时,水洗干燥后按照1:1的质量比加入镁粉,再加入3倍质量的氯化钠混合均匀;在氩气气氛下800度反应4小时,将产物依次用酸和水洗涤并干燥。产物形貌如图4所示,可以看到所得硅粉粒径约为100~200纳米。

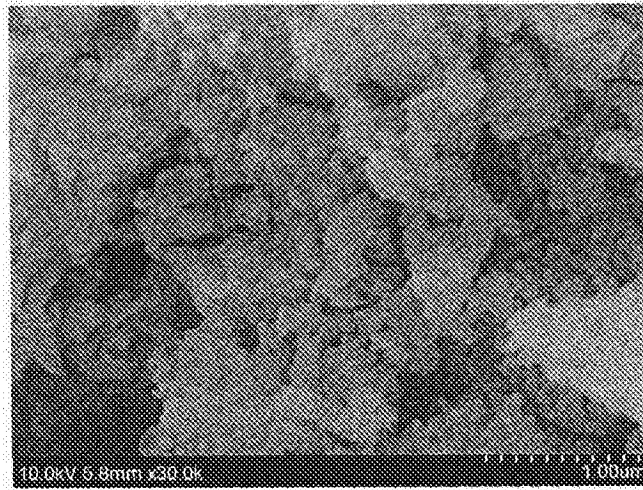


图1

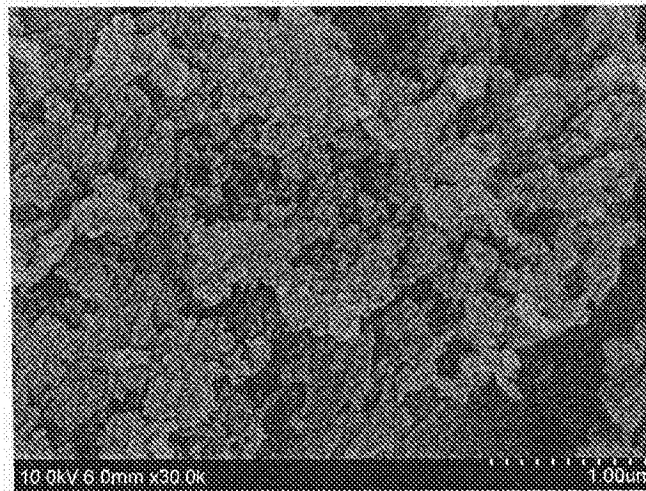


图2

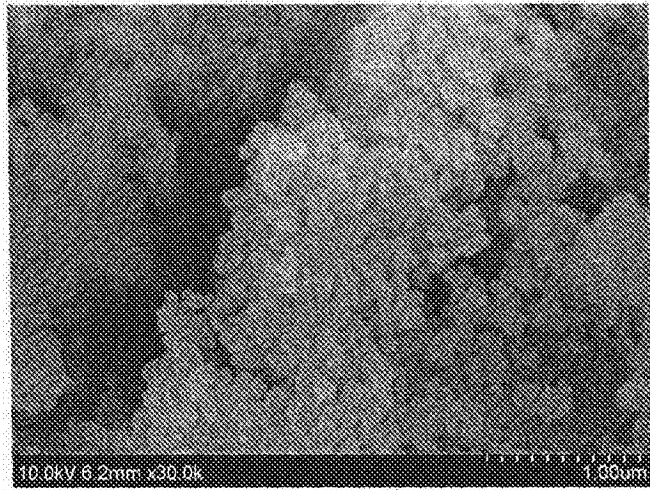


图3

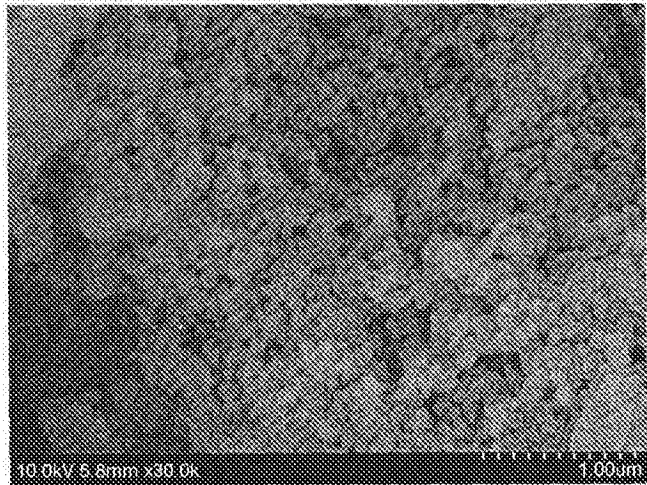


图4

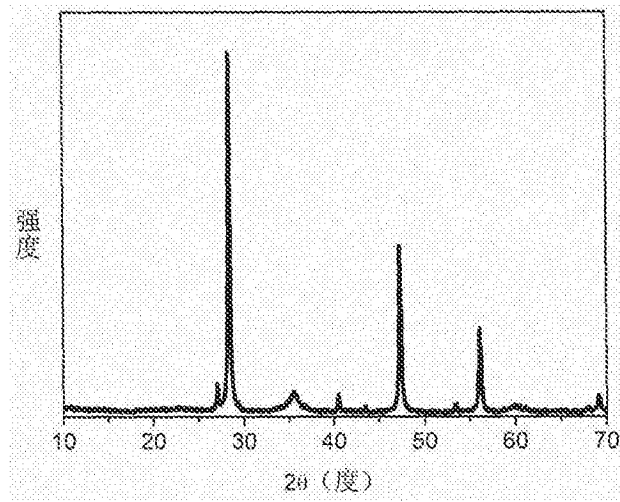


图5

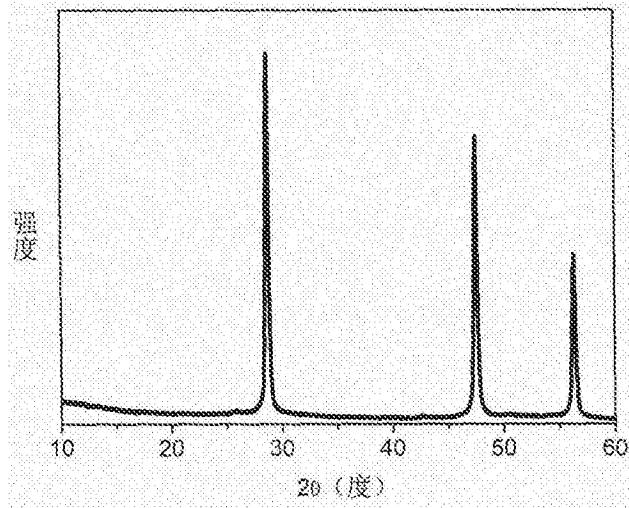


图6